

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-135067

(43)Date of publication of application : 23.05.1995

(51)Int.Cl. H05B 3/14

(21)Application number : 05-283254

(71)Applicant : KYOCERA CORP

(22)Date of filing : 12.11.1993

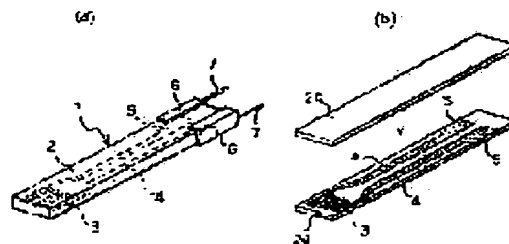
(72)Inventor : TANAKA SATOSHI
FUKUDA JUN

(54) SILICON NITRIDE QUALITY CERAMIC HEATER

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve durability, and maintain high performance over a long period of time.

CONSTITUTION: A heater 1 having a heating element 3 mainly composed of carbide, nitride and silicide of at least a single kind of metal selected from W, Mo, Re, Cr and Ti and contains BN by 75 volume% or less, is constituted in a base body 2 of silicon nitride quality ceramics. Thereby, a thermal expansion difference between the heating element 3 and the base body 2 can be reduced, and the occurrence of a crack of the heating element 3 caused by thermal stress can be also prevented.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.02.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2828575

[Date of registration] 18.09.1998

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-135067

(43)公開日 平成7年(1995)5月23日

(51)IntCl.⁹

H 0 5 B 3/14

識別記号

庁内整理番号

B 7715-3K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平5-283254

(22)出願日 平成5年(1993)11月12日

(71)出願人 000006633

京セラ株式会社

京都府京都市山科区東野北井ノ上町5番地の22

(72)発明者 田中 智

鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場内

(72)発明者 福田 潤

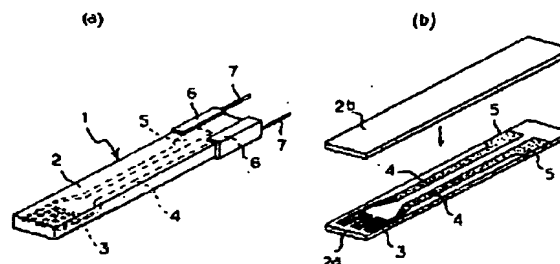
鹿児島県国分市山下町1番1号 京セラ株式会社鹿児島国分工場内

(54)【発明の名称】 窒化珪素質セラミックヒータ

(57)【要約】

【構成】窒化珪素質セラミックスの基体2中に、W、Mo、Re、Cr、Tiから選ばれる少なくとも一種類の金属の炭化物、窒化物、ケイ化物を主成分とし、75体積%以下のBNを含有する発熱体3を備えてヒータ1を構成する。

【効果】発熱体3と基体2との熱膨張差を小さくし、かつ熱応力に起因する発熱体3のクラック発生を防止できるため、耐久性に優れ長期間高性能を維持することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒化珪素質セラミックス体中に、W、Mo、Re、Cr、Ti等の金属の炭化物、窒化物、ケイ化物から選ばれる少なくとも一種類以上を主成分とし、75体積%以下のBNを含有する発熱体を備えてなる窒化珪素質セラミックヒータ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、昇温特性が良好で、耐久性に優れた窒化珪素質セラミックヒータに関するものである。

【0002】

【従来の技術】 セラミックヒータとしては、アルミナセラミックス中に高融点金属の発熱体を埋設したアルミナセラミックヒータが一般的である。しかし、アルミナは耐熱衝撃性や高温強度が低いため、窒化珪素質セラミックスの内部にW、WC、TiN等を発熱体として埋設した高温用ヒータが使用されている（特公昭62-19034号、特公昭62-59858号公報等参照）。

【0003】 窒化珪素質セラミックスは、耐熱性が良好で高温強度が高く、熱容量が小さく、また電気絶縁性が良好であることから、ヒータ用として非常に優れた材料である。そのため、上記窒化珪素質セラミックヒータは、昇温立ち上がり時間の速さ、耐熱衝撃性、高温安定性に優れており、自動車エンジン用グローブプラグや石油ファンヒータの気化器用ヒータ、あるいはその他の一般家庭用、電子部品用、産業機器用等さまざまな分野に使用されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、窒化珪素質セラミックスの熱膨張係数は $3.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と小さいのに対し、発熱体の熱膨張係数は、例えばWが $4.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、WCが $5.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、TiNが $9.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と大きいものであった。そのため、窒化珪素質セラミックヒータに高温で冷熱サイクルが加わるような場合、熱膨張差による熱応力疲労のため発熱体にクラックが生じたり、抵抗値が変化してしまうという問題点があった。

【0005】 そのため、上記問題点を防止するために、発熱体の熱膨張係数に応じて、ヒータの使用条件を制限しなければならないという不都合があった。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記に鑑みて本発明は、窒化珪素質セラミックス体中に、W、Mo、Re、Cr、Ti等の金属の炭化物、窒化物、ケイ化物から選ばれる少なくとも一種類以上を主成分とし、75体積%以下のBNを含有する発熱体を備えて窒化珪素質セラミックヒータを構成したものである。

【0007】

【作用】 本発明によれば、BNは高温で安定でありかつ

熱膨張係数が $1.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と低いことから、BNを添加することによって発熱体の熱膨張係数を窒化珪素質セラミックスに近づけ、熱膨張差を小さくできる。

【0008】 また、WC等剛性の高い発熱体にBNを分散させることにより、見掛けのヤング率を低下させてクラック等を防止することができる。

【0009】 その結果、本発明の窒化珪素質セラミックヒータは、冷熱サイクルへの耐性を向上できるとともに、発熱体の厚み加工の自由度を向上し、大面積のヒータや低電圧で高温まで加熱可能なヒータ等を供給することができる。

【0010】

【実施例】 以下本発明実施例を説明する。

【0011】 図1(a)に示すヒータ1は、窒化珪素質セラミックスからなる基体2の内部に、BNを含む導電ペーストにより発熱体3、リード部4、および電極取出部5を一体的に形成し、該電極取出部5に接続する電極6およびリード線7を備えたものである。そして、リード線7より電圧を印加すれば、上記発熱体4が発熱し、ヒータとして作用することになる。

【0012】 このヒータ1の製造方法は、図1(b)に示すように、窒化珪素質未焼成成形体2a上に導電ペーストをスクリーン印刷して発熱体3、リード部4、および電極取出部5を一体的に形成する。次に、これらのパターンを覆うように他の成形体2bを積層してホットプレス法等により焼成した後、研削加工を行い、表面に露出した電極取出部5にメタライズを施して電極6を接合すれば良い。

【0013】 次に本発明の他の実施例を図2に示す。このヒータ1は、窒化珪素質未焼成成形体2aにBNを含む導電ペーストにより発熱体3を印刷し、この発熱体3と接続するリード部4としてタングステンワイヤ等の高融点金属線を備え、電極取出部5として櫛歯状のパターンを導電ペーストにより印刷したものであり、上記実施例と同様にこの上に他の成形体を積層して焼成することによりヒータ1とすることができる。

【0014】 図2の実施例では、高融点金属線からなるリード部4と発熱体3との抵抗比を大きくして、リード部4での発熱を防止することができる。また、電極取出部5を櫛歯状とすることにより、確実に電極6との接続を行うことができる。

【0015】 以上の実施例に示す本発明のヒータ1において、発熱体3として用いる導電ペーストは、W、Mo、Re、Cr、Ti等の金属の炭化物、窒化物、ケイ化物から選ばれる少なくとも一種類以上を主成分とし、75体積%以下のBNを含有させたものを用いる。ここで、BNは熱膨張係数が $1.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と低いいため、発熱体3中に分散させることによって熱膨張係数を下げ、窒化珪素質セラミックス製の基体2との熱膨張差を小さくすることができる。また、WCなど剛性の高い

主成分中にBNを分散させることで、発熱体3の見掛けのヤング率を低下させ、クラック等を防止することもできるのである。

【0016】なお、BNは絶縁体であるため、含有量を多くすると抵抗値が上昇し過ぎたり抵抗バラツキが生じるため、発熱体3中のBN量は75体積%以下が好ましい。一方BN量が少なすぎると上記効果に乏しくなることから、発熱体3中のBN量は20体積%以上であることが好ましい。

【0017】また、BNを発熱体3中に均一に分散させるためには、その粒径が重要であり、BNの平均粒径は10 μ m以下、好ましくは5 μ m以下とすればよい。

【0018】なお、図1に示すように発熱体3、リード部4、および電極取出部5を一体的に形成する場合は、すべて同じ導電ペーストを用いて形成し、リード部4と電極取出部5を幅広として抵抗値が低くなるようにすれば良い。

【0019】また、発熱体3の主成分として用いるW, Mo, Re, Cr, Ti等の金属の炭化物、窒化物、ケイ化物とは、最終焼結体中でこれらの化合物になってい
ればよく、例えば出発原料として金属単体を用い、焼成時に上記化合物を形成させた物であってもよい。

【0020】なお、上記基体2を成す窒化珪素質セラミックスとしては、例えば80重量%以上のSi₃N₄と、焼結助剤としてAl₂O₃およびY₂O₃等の希土類元素酸化物を含み、アスペクト比が2以上の針状結晶を有するものを用いた。

【0021】また、以上の実施例では板状のヒータ1についてのみ示したが、この形状に限らず、棒状、筒状などさまざまな形状とできることは言うまでもない。また、本発明の窒化珪素質セラミックヒータは、一般家庭用、電子部品用、産業機械用、自動車用等のさまざまな分野に好適に使用することができる。

【0022】実験例1

ここで、本発明実施例として図1に示すヒータ1を試作し、耐久性の試験を行った。

【0023】まず、導電ペーストとして、表1に示すような組成の原料に所定のセルロース系バインダーと溶剤を混合し、振動ミルで72時間混合したものを準備した。この導電ペーストを所定の粘度に調整した後、図1(b)に示すように窒化珪素質未焼成成形体2aに所定厚みでスクリーン印刷して発熱体3、リード部4、および電極取出部5を形成し、もう一つの成形体2bを積層

してホットプレス法にて焼成した。得られた焼結体を所定寸法に研削し、表面に露出した電極取出部5にメタライズを施して電極6を接合し、ヒータ1を作成した。

【0024】それぞれの発熱体3について、常温から1000℃間の熱膨張係数、ヤング率、比抵抗を測定した。また、各ヒータ1に対し、30秒間で常温から1400℃まで昇温し60秒間空冷させる冷熱サイクルを20000サイクル行った後、クラックの有無と耐久性を調べた。

【0025】結果は表2に示す通りである。なお、表2中クラックの有無は、冷熱サイクル後にクラックが発生したものを×とし、耐久性は冷熱サイクル後の比抵抗の変化率が20%以上のものを×とした。また、各発熱体3の厚みは40~50 μ mとしたが、No. 14~22については厚み15 μ mとした。

【0026】

【表1】

No	発熱体主成分 (wt%)	BN量 (wt%)	BN量 (vol%)	BN粒径 (μ m)
*1	WC 100	0	0	2.0
2	" 98	2	12.5	"
3	" 95	5	26.9	"
4	" 90	10	43.7	"
5	" 85	15	55.2	"
6	" 80	20	63.6	"
7	" 75	25	69.9	"
8	" 70	30	74.9	"
*9	" 60	40	82.3	"
10	" 85	15	55.2	1.0
11	" "	"	"	3.0
12	" "	"	"	18.0
13	" "	"	"	56.0
14	WSi ₃ 90	10	32.6	2.0
15	" 85	15	43.5	"
16	" 80	20	52.2	"
17	TiN 90	10	21.1	2.0
18	" 85	15	28.8	"
19	" 80	20	37.6	"
20	MoSi ₂ 90	10	23.5	2.0
21	" 85	15	32.8	"
22	WC 50 + TiN 35	15	40.8	2.0
23	WC 73 + Re 12	15	56.1	"
24	WC 79 + Re 6	15	55.6	"
25	WC 77 + Re 13	10	44.6	"
26	WC 82 + Re 13	5	27.6	"
27	WC 73 + ReSi _{1.12}	15	54.4	"

*は本発明の範囲外である。

【0027】

【表2】

5

6

N _o	熱膨張係数 ($\times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$)	ヤング率 ($\times 10^4 \text{ kg/cm}^2$)	比抵抗 ($\Omega \mu\text{m}$)	クラック	耐久性
* 1	5.1	7.0	0.49	○	×
2	4.6	8.1	0.54	○	×
3	4.1	5.1	0.70	○	△
4	3.5	3.9	1.3	○	○
5	3.1	3.1	2.1	○	○
6	2.8	2.5	4.0	○	○
7	2.6	2.1	9.8	○	○
8	2.4	1.8	20.5	○	○
* 9	2.3	1.2	∞	○	—
10	3.0	3.0	2.3	○	○
11	2.7	3.1	2.1	○	○
12	2.6	3.1	2.1	○	△
13	3.2	3.1	2.1	×	×
14	5.8	—	11.8	○	○
15	5.2	—	14.2	○	○
16	4.6	—	16.7	○	○
17	7.7	—	3.2	○	○
18	7.0	—	3.6	○	○
19	6.4	—	4.0	○	○
20	6.7	—	6.3	○	○
21	6.0	—	7.2	○	○
22	5.1	—	2.8	○	○
23	2.7	—	8.0	○	○
24	2.6	3.1	6.0	○	○
25	3.2	3.9	6.5	○	○
26	3.7	5.1	5.0	○	△
27	2.8	3.2	7.5	○	○

* は本発明の範囲外である。

【0028】これらの結果より明らかに、BNを添加しないN_o. 1では耐久性が悪かったのに対し、N_o. 2～8のようにBNを添加することによって、発熱体3の熱膨張係数を低下させ、クラックの発生を防止し、耐久性を向上できることがわかる。ただし、BN添加量が75体積%を越えたN_o. 9では、抵抗が大きくなりすぎてヒータとして使用できなかった。また、N_o. 13のようにBNの粒径を大きくすると、クラックが生じ耐久性も悪くなることがわかる。

【0029】さらに、N_o. 23～26のReを添加したもので、X線回折で評価したところReがRe₂Si₂に変化していることがわかった。またEPMAで分析したところ、N_o. 23、25、26ではReが偏析しており、その部分にSiも偏析していることを確認した。つまり、出発原料としてRe単体を用いたものでも最終的にケイ化物となって本発明の主成分の範囲内となることがわかる。

【0030】実験例2

次に、上記実験例と同様にして、発熱体3の主成分をWC-Reに限定し、BNの添加量と平均粒径を種々に変化させた時の耐久性を調べた。

【0031】各ヒータ1に対し、60秒で常温から1400℃まで昇温し、60秒で常温まで冷却させる冷熱サイクルを500サイクル行った後、抵抗変化率が0.5%以下のものを○、0.5～1%のものを△、1%以上のものを×として評価した。結果は図3に示す通りである。

【0032】この結果より、BNの平均粒径を10μm以下とすれば耐久性に優れることがわかる。また、BNの粒径を小さくすれば含有量を減らすこともでき、粒径が5μm以下であれば含有量5重量%（24体積%）でも良いことがわかる。

【0033】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、窒化珪素質セラミック中に、W、Mo、Re、Cr、Ti等の金属の炭化物、窒化物、ケイ化物から選ばれる少なくとも一種以上を主成分とし、75体積%以下のBNを含有する発熱体を備えて窒化珪素質セラミックヒータを構成したことによって、発熱体と窒化珪素質セラミックスとの熱膨張差を小さくし、かつ熱応力に起因する発熱体のクラック発生を防止できるため、耐久性に優れた長期間高性能を維持することのできるセラミックヒータを提供できる。

40 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の窒化珪素質セラミックヒータを示し、(a)は斜視図、(b)は製造工程を示す斜視図である。

【図2】本発明の他の実施例の窒化珪素質セラミックヒータにおける内部パターンを示す平面図である。

【図3】本発明の窒化珪素質セラミックヒータにおける、BNの添加量と粒径による耐久性を比較した図である。

【符号の説明】

50 1：ヒータ

(5)

特開平7-135067

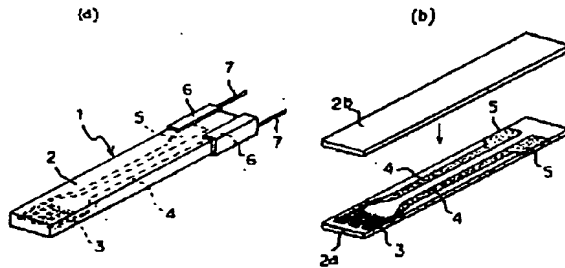
7

8

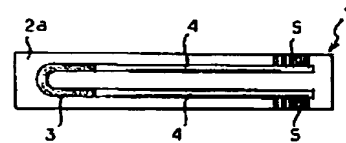
2: 基体
3: 発熱体
4: リード部

5: 電極取出部
6: 電極
7: リード線

【図1】



【図2】



【図3】

